

(2)

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-059957

(43)Date of publication of application : 05.03.1996

(51)Int.Cl.

C08L 61/12  
C01B 31/02  
C04B 35/632  
C08J 9/14  
// C08L 61:06

(21)Application number : 06-222461

(71)Applicant : MITSUI TOATSU CHEM INC

(22)Date of filing : 24.08.1994

(72)Inventor : KITAMURA SEIJI  
TAJIMA TAKUO  
YAMAGUCHI TERUHIRO

(54) CARBON-BASED COMPOSITION OBTAINED FROM PHENOL RESIN, BINDER AND MOLDED ARTICLE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a carbon-based composition from a phenol resin, having excellent heat insulating performance, useful as a binder and a highly refractory material.

CONSTITUTION: This carbon-based composition, liquid binder for refractory materials and the molded article are obtained from a phenol resin. The characteristic of the phenol resin is that it is a reaction product between (a) a resorcinol component containing a resorcinol and/or a resorcinol novolak resin as a reaction product between the resorcinol and an aldehyde in the presence of an acid catalyst and (b) a phenol resol resin as a reaction product of formaldehyde and/or paraformaldehyde and phenol, the reaction is carried out in the presence or absence of an alkali catalyst and the reaction product has pH 5-10.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(2)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-59957

(43) 公開日 平成8年(1996)3月5日

(51) IntCl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 61/12	LND			
C 0 1 B 31/02	1 0 1 A			
C 0 4 B 35/632				
C 0 8 J 9/14				
		C 0 4 B 35/ 00	1 0 8	
		審査請求 未請求 請求項の数7	FD (全 6 頁)	最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平6-222461	(71) 出願人	000003126 三井東圧化学株式会社 東京都千代田区霞が関三丁目2番5号
(22) 出願日	平成6年(1994)8月24日	(72) 発明者	北村 清治 神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井 東圧化学株式会社内
		(72) 発明者	田島 卓雄 神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井 東圧化学株式会社内
		(72) 発明者	山口 彰宏 神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井 東圧化学株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 坂口 信昭

(54) 【発明の名称】 フェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物

(57) 【要約】

【目的】 本発明は、優れた断熱性能を有するフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物の適用分野を拡大し優れた高耐火材を提供することを目的とする。

【構成】 本発明は、(a) レゾルシノール類及び／又は酸触媒存在下において該レゾルシノールとアルデヒド類との反応生成物であるレゾルシノールノボラック樹脂を含むレゾルシノール成分、及び(b) ホルムアルデヒド及び／又はパラホルムアルデヒドとフェノールとの反応生成物であるフェノールレゾール樹脂、との反応生成物であり、反応はアルカリ触媒の存在下または不存在下で行われ、かつ当該反応生成物のpHが5～10であることを特徴とするフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及び耐火物用液状バインダー並びに成形物である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】液状フェノール樹脂、その他添加剤を含むフェノール樹脂を固相炭素化することによって得られる炭素系組成物において、当該フェノール樹脂が、(a) レゾルシノール類及び／又は酸触媒存在下において該レゾルシノールとアルデヒド類との反応生成物であるレゾルシノールノボラック樹脂を含むレゾルシノール成分 及び (b) ホルムアルデヒド及び／又はパラホルムアルデヒドとフェノールとの反応生成物であるフェノールレゾール樹脂との反応生成物であり、反応はアルカリ触媒の存在下または不存在下で行われ、かつ当該反応生成物の pH が 5～10 であることを特徴とするフェノール樹脂から得られる炭素系組成物。

【請求項 2】液状フェノール樹脂、その他添加剤を含むフェノール樹脂から成る耐火物用液状バインダーにおいて、当該フェノール樹脂が (a) レゾルシノール類及び／又は酸触媒存在下において該レゾルシノールとアルデヒド類との反応生成物であるレゾルシノールノボラック樹脂を含むレゾルシノール成分 及び (b) ホルムアルデヒド及び／又はパラホルムアルデヒドとフェノールとの反応生成物であるフェノールレゾール樹脂との反応生成物であり、反応はアルカリ触媒の存在下または不存在下で行われ、かつ当該反応生成物の pH が 5～10 であることを特徴とするフェノール樹脂から得られる耐火物用液状バインダー。

【請求項 3】液状フェノール樹脂、その他添加剤を含むフェノール樹脂を成型することによって得られる成形体において、当該フェノール樹脂が (a) レゾルシノール類及び／又は酸触媒存在下において該レゾルシノールとアルデヒド類との反応生成物であるレゾルシノールノボラック樹脂を含むレゾルシノール成分 及び (b) ホルムアルデヒド及び／又はパラホルムアルデヒドとフェノールとの反応生成物であるフェノールレゾール樹脂との反応生成物であり、反応はアルカリ触媒の存在下または不存在下で行われ、かつ当該反応生成物の pH が 5～10 であることを特徴とするフェノール樹脂から得られる成形物。

【請求項 4】上記の (a) 成分のレゾルシノール成分は、30～80 重量部のレゾルシノールに対して 5～15 重量部のホルムアルデヒドを反応させて成ることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載のフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物。

【請求項 5】上記の (b) 成分のフェノールレゾール樹脂成分は、40～75 重量部のフェノールに対して 20～55 重量部のパラホルムアルデヒドを反応させて成ることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載のフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物。

【請求項 6】アルカリ触媒は、金属水酸化物、金属酸化

物、及びアミンより選ばれた少なくとも 1 種である請求項 1～3 のいずれかに記載のフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物。

【請求項 7】フィラーないし骨材を含有していることを特徴とする請求項 1～6 のいずれかに記載のフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、改善されたフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物に関するもので、より詳しくは、高残炭率を有する炭素系組成物、特にフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物に関する。

【0002】本発明に係るフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物は、主に摺動部材、電動機ブラシ、耐蝕機器、ブレーキ・クラッチフェューシングの如き車輛、船、機部品、カーボン繊維の集束材等の高残炭率が要求される種々の用途に適用される。

## 【0003】

【従来の技術】製鋼や製鉄の設備において使用される耐火炉材としては、従来より 1000～1500℃程度の高温で焼成して製造されたものが一般的に用いられている。また、ブレーキ等の車両部品についても、高残炭率の炭素系組成物が用いられている。

【0004】一方、これら炭素系組成物は焼成の際に膨大なエネルギーを必要とするために省エネルギー上好ましくなく、そこで耐火骨材をフェノール樹脂バインダーで結合した不焼成耐火物が脚光をあび、実用化されている。この不焼成耐火物は耐火骨材とフェノール樹脂バインダーとの混合組成物をプレスして賦形し、これを例えば 200℃程度の温度で加熱することにより硬化乾燥せしめ、この耐火物を実炉で使用する際に溶鋼の高温で焼成がなされるようにしたものである。

【0005】他方、フェノール樹脂から成る又は含む粘結剤は、従来から用いられたタール・ピッチに比べ高価であるものの、一般に残炭率が高く、昇温時には強度発現前に熔融流出する部分が少ないため、高密度で、高強度の耐火物を得るための粘結剤として適当である。かかるフェノール樹脂粘結剤は、残炭率が高く、熱硬化性であるため低温から強度の発現が見られ、高密度で高強度の耐火物を得るために適しており、使用時に有毒物質を発生させることもなく衛生的である。しかもその高残炭率は 60% 程度であり、更なる向上が求められていた。また、アミン系硬化剤で硬化した硬化物を焼成処理した場合に NO<sub>x</sub> を生じるという欠点を有している（特開昭 61-183161 号及び特公平 1-48217 号公報等参照）。

【0006】また本発明により、アミン系触媒を使用せ

ずに、常温或いは加熱により硬化することができるため、従来の技術の問題点を解決することができる。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来のフェノール樹脂の粘結剤が、持っている欠点を改善するために、鋭意研究を行なった結果、特定のフェノール樹脂を用いることにより、高残炭率のフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物を得、本発明を完成するに至ったものである。

【0008】本発明により、優れた断熱性能を有するフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物の適用分野を拡大し優れた高耐火材を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するため、鋭意研究を重ねた結果、本発明を完成した。即ち、

(1) 液状フェノール樹脂、その他添加剤を含むフェノール樹脂を固相炭素化することによって得られる炭素系組成物において、当該フェノール樹脂が

(a) レゾルシノール類及び／又は酸触媒存在下において該レゾルシノールとアルデヒド類との反応生成物であるレゾルシノールノボラック樹脂を含むレゾルシノール成分 及び

(b) ホルムアルデヒド及び／又はパラホルムアルデヒドとフェノールとの反応生成物であるフェノールレゾール樹脂

との反応生成物であり、反応はアルカリ触媒の存在下または不存在下で行われ、かつ当該反応生成物の pH が 5 ～ 10 であることを特徴とするフェノール樹脂から得られる炭素系組成物、

【0010】(2) 液状フェノール樹脂、その他添加剤を含むフェノール樹脂から成る耐火物用液状バインダーにおいて、当該フェノール樹脂が

(a) レゾルシノール類及び／又は酸触媒存在下において該レゾルシノールとアルデヒド類との反応生成物であるレゾルシノールノボラック樹脂を含むレゾルシノール成分 及び

(b) ホルムアルデヒド及び／又はパラホルムアルデヒドとフェノールとの反応生成物であるフェノールレゾール樹脂

との反応生成物であり、反応はアルカリ触媒の存在下または不存在下で行われ、かつ当該反応生成物の pH が 5 ～ 10 であることを特徴とするフェノール樹脂から得られる耐火物用液状バインダー、

【0011】(3) 液状フェノール樹脂、その他添加剤を含むフェノール樹脂を成型することによって得られる成形体において、当該フェノール樹脂が

(a) レゾルシノール類及び／又は酸触媒存在下において該レゾルシノールとアルデヒド類との反応生成物であ

るレゾルシノールノボラック樹脂を含むレゾルシノール成分 及び

(b) ホルムアルデヒド及び／又はパラホルムアルデヒドとフェノールとの反応生成物であるフェノールレゾール樹脂

との反応生成物であり、反応はアルカリ触媒の存在下または不存在下で行われ、かつ当該反応生成物の pH が 5 ～ 10 であることを特徴とするフェノール樹脂から得られる成形物、

【0012】(4) 上記の (a) 成分のレゾルシノール成分は、30 ～ 80 重量部のレゾルシノールに対して 5 ～ 15 重量部のホルムアルデヒドを反応させて成ることを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載のフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物、

【0013】(5) 上記の (b) 成分のフェノールレゾール樹脂成分は、40 ～ 75 重量部のフェノールに対して 20 ～ 55 重量部のパラホルムアルデヒドを反応させて成ることを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載のフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物、

【0014】(6) アルカリ触媒は、金属水酸化物、金属酸化物、及びアミンより選ばれた少なくとも 1 種である請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載のフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物、

【0015】(7) フィラーないし骨材を含有していることを特徴とする請求項 1 ～ 6 のいずれかに記載のフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物、であることを、各々特徴とする。

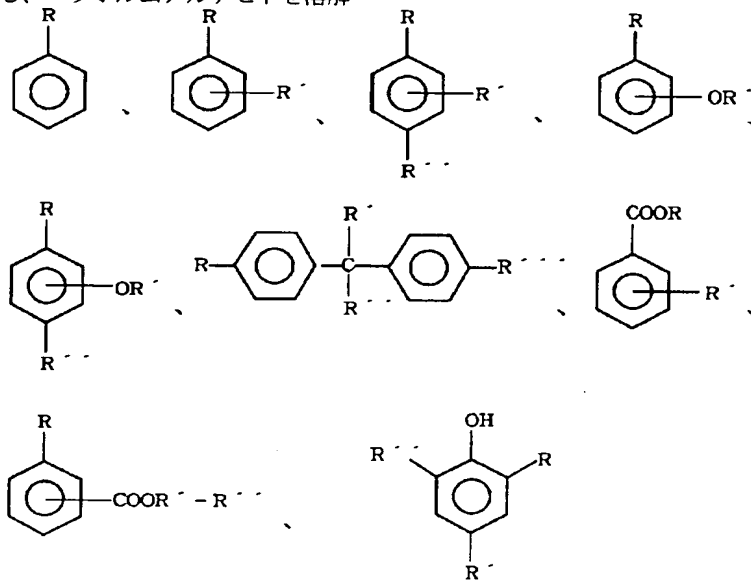
【0016】以下、本発明について説明する。本発明に用いられる (a) 成分のレゾルシノール成分と、(b) 成分のフェノールレゾール樹脂の反応は、アルカリ触媒の存在下で行うことが望ましいが、必ずしもそのようにしなくてもよい。アルカリ触媒は、適当な触媒であればどんな触媒でもかまわない。適当な触媒として、金属水酸化物、金属酸化物及びアミノ基を含むアミノ化合物からなる群から選択することができ、水酸化ナトリウム、水酸化アンモニウム、及び水酸化カリウム、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム、酸化マグネシウム、酸化カルシウム、酸化ナトリウム、酸化カリウム、酢酸亜鉛等及び後記アルカリ触媒が例示される。また、アミノシラン系のアミノ化合物も適当である。酸性触媒のフェノール樹脂と比べると、本発明のフェノール樹脂は、pH 5 ～ 10 であって、腐食性の問題を与えないし、かつ例えばフィラーを併用する場合でも、アルカリ度が強くないため、フィラーや滑剤の選択幅が広い。

【0017】本発明のフェノール樹脂は、適当な範囲内で、室温で硬化できる。例えば 15 ～ 160℃ の温度に、pH 6 ～ 10 の範囲内、10 分～20 時間で硬化できる、混合割合は、上記の pH が 6 ～ 10 の範囲に調製

するように、適宜の混合比が選択されるが、好ましくは (a) 成分のレゾルシノール成分 100 重量部に対し、50～150 重量部の (b) 成分のフェノールレゾール成分を混合することが好ましい。

【0018】 (a) 成分であるレゾルシノール成分は、30～80 重量部のレゾルシノールに対して例えば 5～15 重量部のホルムアルデヒドを反応させて得ることができ、このとき、0.025～0.3 重量部 (好ましくは 0.03～0.1 重量部) の有機酸溶液、例えば、p-トルエンスルホン酸又はシュウ酸等の酸触媒の存在下に反応させて得ることができるレゾルシノールノボラック樹脂、または当該レゾルシノール単独あるいは上記を混合したものを適宜使用可能である。

【0019】 (b) 成分であるフェノールレゾール樹脂は、40～75 重量部のフェノールに対して 20～55 重量部のパラホルムアルデヒドを反応させて得ることができ、該パラホルムアルデヒドは粉末で用いる必要がなく、溶剤を用いなくとも、パラホルムアルデヒドを溶解



【0023】 (ここで、R、R'、R''、R''' は OH または炭素数 1～6 の飽和または不飽和結合を有する鎖状または、環状の炭化水素基。)

フェノール、o-クレゾール、m-クレゾール、p-クレゾール、チモール、p-ter-ブチルフェノール、ter-ブチルカテコール、カテコール、イソオイゲノール、o-メトキシフェノール、4,4'-ジヒドロキシフェニル-2,2-プロパン、サリチル酸イソアミル、サリチル酸ベンジル、サリチル酸メチル、2,6-ジ-ter-ブチル-p-クレゾール等から選ばれるものである。より好ましくは、フェノール、4,4'-ジヒドロキシフェニル-2,2-プロパン、2,6-ジ-ter-ブチル-p-クレゾールである。一方の原料としてのアルデヒド類としては、ホルムアルデヒド、パラホルムアルデヒド、ポリオキシメチレン、トリオキサン等が使用で

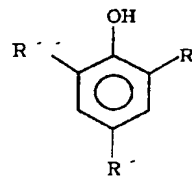
して反応させることができる。従って溶剤を用いない点で製品の品質がよい。上記と同様のアルカリ触媒の存在下に行うのが望ましいが、必ずしもそうでなくても可能である。

【0020】 本発明の (a) 成分であるレゾルシノール成分と、(b) 成分であるフェノールレゾール樹脂との反応は、反応時間が速いため、(b) 成分で用いるパラホルムアルデヒドは、フェノールと反応する前、少なくとも一部は溶解して (a) 成分で用いるホルムアルデヒドと反応する。かかる (a) 成分と (b) 成分との反応系は、用いる硬化剤が液状のときも使用が容易であり、混合は少なくともよい。

【0021】 本発明のフェノール樹脂に用いられるフェノールとしては、下記一般式で示されるものが好ましい。

【0022】

【化1】



きる。このアルデヒド類とレゾルシノールを酸性触媒の存在下に反応させ、レゾルシノールノボラック樹脂を得る。

【0024】 (b) 成分であるフェノールレゾール樹脂は、上記のアルカリ触媒の存在下又は不存在下にてフェノール化合物とアルデヒド化合物であるホルムアルデヒド及び/又はパラホルムアルデヒドとから得られる液状フェノール樹脂である。フェノール化合物としては、フェノールならびにクレゾール類、キシレノール類のような同族体あるいはこれらの混合物であってもよいが、本発明ではフェノールが用いられる。

【0025】 尚、上記 (a) 成分のアルデヒド類としては、例えば、ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、フルフラール、及び他のアルデヒドならびにこれらの化合物だけでなく、アルデヒドを生成する化合物を用いるこ

ともでき、例えば、パラホルムアルデヒド、ヘキサメチレンテトラミン、メチロール、トリオキサン、テトラオキシメタン及び、その他の分解してホルムアルデヒドを発生させる化合物、ならびに、これらの混合物も使用することができる。

【0026】(a)成分のフェノールレゾール樹脂を得るための酸触媒としては、各種の酸を用いることができる。例えば、リン酸、塩酸、硫酸等の無機酸、フェノールスルホン酸、トルエンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、メタンスルホン酸等の有機スルホン酸、トルエン樹脂やキシレン樹脂、ナフタレン樹脂等をスルホン化した有機高分子酸が用いられる。これらの酸は、そのまま単独で使用してもよいし、2種以上併用してもよい。さらに水溶液、その他の溶液として用いてもよい。酸触媒の添加量は、液状フェノール樹脂100重量部に対し、1~50重量部であり、好ましくは10~30重量部用いられる。

【0027】本発明においては、シリカ、タルク、ワラストナイト、カオリン、マイカ、ガラス繊維、アラミド繊維、炭素繊維等の充填剤やその他必要において各種フィラーを用いることができる。

【0028】添加剤としては公知の界面活性剤、難燃剤、中和剤、充填剤、硬化剤、その他の添加物を添加することができる。硬化剤としてはリン酸、亜リン酸、次亜リン酸、ピロリン酸、トリポリリン酸、ポリリン酸、塩酸、硫酸等の無機酸、フェノールスルホン酸、トルエンスルホン酸、キシレンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸等のアリールスルホン酸やメタンスルホン酸等のアルキルスルホン酸等の有機酸が用いられるがこれらに限定されるものではない。又これらの硬化剤は単独または2種以上を併用することも可能であり、水溶液として使用することも他の溶液として使用することも或いは非溶液として使用することも可能である。この硬化剤の使用量は特に限定されるものではないが、液状フェノール樹脂100重量部に対して1~60重量部、好ましくは5~30重量部とするのがよい。

【0029】本発明において用いられるアルカリ触媒としては、例えばフェノールレゾール樹脂の製法において用いられていたアルカリ触媒のいずれであってもよい。具体例としては、NaOH、KOH、Mg(OH)<sub>2</sub>、Ca(OH)<sub>2</sub>、NH<sub>4</sub>OH、Na<sub>2</sub>O、K<sub>2</sub>O、MgO、CaO、ZnO、Zn(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>等の強アルカリ、またはこれらのアルカリ性の塩、例えば、酢酸亜鉛等も使用可能である。

【0030】本発明では、以上に述べた原料を均一に混合し、引き続きモールド等に散布又は注入し硬化させることによりフェノール樹脂成形体が得られる。硬化工程は常温でも加熱雰囲気下でも行うことが可能である。これらの原料の混合はバッチ混合する場合はディスパー等の攪拌機が用いられ、連続的に混合する場合は公知の多

成分混合機等が用いられる。又混合された原料は例えばモールド中で硬化され、そのまま脱型した形で製品とすることも、更に必要な形状に加工され製品とすることもできる。又混合された原料は例えばクラフト紙、水酸化アルミ紙、アスベスト紙、アスファルト紙、炭酸カルシウム紙、アルミクラフト紙、鉄箔、ステンレス箔、プラスチックフィルム又はシート等の軟質面材や銅板、アルミ板、ステンレス板等の硬質面材の間に注入され、ボード、パネル、サイディング材等の形で製品とすることもできる。

#### 【0031】

【実施例】本発明のフェノール樹脂を耐火物用バインダーとして用いるには、特開昭61-183161号公報記載の技術を採用でき、又、特公平1-48217号公報記載の技術も好ましく用いられる。成形物を得るには該特公平1-48217号公報の他、特開平5-170566号公報記載の技術等も用い得る。

【0032】以下に実施例及び比較例を挙げて本発明について詳しく説明する。

#### 合成例(a)(レゾルシノール成分の合成)

445重量部のレゾルシノール、162重量部の37%ホルマリン水溶液及び3重量部の20%p-トルエンスルホン酸水溶液をフラスコ内で100℃で2時間反応せしめ、反応生成物にさらに295重量部のレゾルシノールを加えて混合し、50%水酸化ナトリウム水溶液で中和し、アセトン及びメタノールで希釈して約1000重量部の(a)成分としてのレゾルシノール成分を得た。

#### 合成例(b)(フェノールレゾール成分)

630重量部の90%フェノール溶液、400重量部の91%パラホルムアルデヒド及び5重量部の酢酸亜鉛水和物をフラスコ内で混合し、85℃で1時間反応せしめ、反応生成物を減圧脱水してさらに275重量部のフルフラールを添加し混合して約1000重量部の(b)成分としてのフェノールレゾール成分を得た。

#### 【0033】実施例1

上記の合成例(a)によるレゾルシノール成分、合成例(b)によるフェノールレゾール成分を34:46の配合量(重量部)アルカリ触媒を使用して反応試験を実施した。得られた反応物をJIS K 2425に準じて測定した。但し、前処理として、55℃×2時間+55~70℃×2時間+70℃×2時間+70~90℃×2時間+90℃×2時間+90~110℃×2時間+110℃×4時間加熱硬化して、固形物を測定後、固定炭素測定方法および灰分測定方法に準じて測定を定を行った。その結果、固形分88.33%、固定炭素分57.12%、灰分1.536%であった。

#### 【0034】合成例(c)(レゾルシノール成分)

500重量部のレゾルシノール、180重量部の37%ホルマリン水溶液及び3重量部の20%p-トルエンスルホン酸水溶液をフラスコ内で100~110℃で1

時間反応せしめ、反応生成物にさらに 330 重量部のレゾルシノールヒドを加えて 80~100℃で 0.5 時間混合した、50%水酸化ナトリウム水溶液で中和して約 1000 重量部の (c) 成分としてのレゾルシノール成分を得た。

【0035】合成例 (d) (フェノールレゾール成分) 660 重量部の 90%フェノール溶液、35 重量部の 91%パラホルムアルデヒド及び 13 重量部の 45%水酸化カリウム溶液をフラスコ内で混合し、80℃に加熱しその温度に維持した。305 重量部の 91%パラホルムアルデヒドを 2 時間添加した。添加は 9 回に分けて行った。樹脂はガードナーホルト泡粘度が 23℃で 19.3 秒に達するまで 80℃に維持した。次に 77%トルエン-キシレンスルホン酸溶液で中和し、2 重量部の 45%水酸化カリウム溶液を添加して pH を調節して、約 1000 重量部の (d) 成分としてのフェノールレゾール樹脂を得た。

#### 【0036】実施例 2

上記の合成例 (c) によるレゾルシノール成分、合成例 (d) によるフェノールレゾール成分を 25:75 配合量 (重量部) でアルカリ触媒を使用して反応実験を実施した。実施例 1 と同じく、JIS K 2425 に準じ

て測定した。但し、前処理として、130℃×1 時間加熱硬化して、固形物を測定後、固定炭素測定方法および灰分測定方法に準じて測定を定を行った。その結果、固形分 84.45%、固定炭素分 62.98%、灰分 0.281% であった。但し、実施例 1、2 とともに下記触媒を用いた。

【0037】触媒：酸化マグネシウム (協和化学 (株)、キョーワマグ 20)

以上の結果からいずれも高残炭率のフェノール樹脂から得られる炭素系組成物 (及びバインダー並びに成形物) が得られた。

#### 【0038】比較例 1~6

従来型のレゾール樹脂として、郡栄化学 (株) 製の商品名 XPL-4852B を使用して実施例 1 と同様にし、試験を実施した。試験結果は、固定炭素分 60% 止まりであった。

#### 【0039】

【発明の効果】本発明により、優れた断熱性能を有するフェノール樹脂から得られる炭素系組成物及びバインダー並びに成形物の適用分野を拡大し優れた高耐火材を提供できる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

// C 0 8 L 61:06